

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication :  
(A n'utiliser que pour  
le classement et les  
commandes de reproduction)

**2.122.906**

②1 N° d'enregistrement national  
(A utiliser pour les paiements d'annuités  
les demandes de copies officielles et toutes  
autres correspondances avec l'I.N.P.I.)

**72.01404**

# ①5 BREVET D'INVENTION

PREMIÈRE ET UNIQUE  
PUBLICATION

②2 Date de dépôt ..... 17 janvier 1972, à 14 h 30 mn.  
Date de la décision de délivrance..... 7 août 1972.  
Publication de la délivrance..... B.O.P.I. — «Listes» n. 35 du 1-9-1972.

⑤1 Classification internationale (Int. Cl.) B 44 d 1/00/B 32 b 15/00, 33/00; C 09 d 5/00.

⑦1 Déposant : Société dite : BEATRICE FOODS CO., résidant aux États-Unis d'Amérique.

⑦3 Titulaire : *Idem* ⑦1

⑦4 Mandataire : Armand Kohn, 5, avenue Foch, 92-Garches.

⑤4 Procédé d'application d'enduit multicouche par voie électrostatique.

⑦2 Invention de :

③3 ③2 ③1 Priorité conventionnelle : *Demande de brevet déposée aux États-Unis d'Amérique le  
18 janvier 1971, n. 107.559 aux noms de John Mitchell Miller et William Francis Moran.*

L'invention concerne un procédé pour appliquer en une étape, par voie électrostatique, un enduit qui se présente en plusieurs couches distinctes de matière d'enduction ; elle se rapporte aussi à une composition d'enduction, constituée par un mélange de poudres fines, utilisable dans ce procédé.

La pulvérisation électrostatique de poudres et le dépôt électrostatique de poudres, par lit fluidisé, sont des procédés bien connus. Le premier procédé implique l'établissement d'un champ électrique, à l'intérieur d'un canon à pulvériser ou d'un autre dispositif, capable de charger les particules de poudre. La charge, conférée à la particule, dirige celle-ci et provoque son dépôt sur l'objet désiré ; dans de nombreux cas, on obtient ainsi un revêtement complètement uniforme sur l'objet entier, même lorsque le canon à pulvériser électrostatique est dirigé vers une seule face de l'objet.

La charge électrique, donnée à une particule pendant l'enduction par voie électrostatique, peut être représentée par la formule générale :  $q = kE_z a^2$ , dans laquelle  $k$  est un facteur qui dépend de la nature et de la forme de la particule,  $E_z$  est le champ électrique régnant dans la zone de charge et  $a$  est le rayon moyen de la particule.

La charge électrique dépend donc de l'intensité du champ ( $E_z$ ) et de la surface superficielle (donc du rayon) de la particule. Plus la particule est petite et plus est grande la charge électrique relativement à la masse de la particule, cette masse étant proportionnelle à  $a^3$ . Chaque particule chargée pendant l'enduction électrostatique, par exemple par pulvérisation, est soumise à une force électrostatique  $F = qE$ , où  $E$  est le champ électrique existant autour de la particule à un moment donné.

Dans la technique de pulvérisation électrostatique, la poudre est chargée et adhère à un support chauffé ou non, pendant un temps qui est généralement suffisant pour que l'on puisse transporter l'objet revêtu jusqu'à un four. Une cuisson ou un durcissement, effectué ensuite dans le four, transforme la poudre en un revêtement lisse, uniforme, qui possède les caractéristiques recherchées. Le procédé d'enduction électrostatique présente de nombreux avantages ; en particulier, aucun solvant n'est mis en jeu, donc aucun frais dû au solvant n'est ajouté, et l'opération est plus sûre. En général, on peut récupérer la poudre en excès dans la cabine de pulvérisation et la réutiliser, ce qui, avec le peu de

surdosage en jeu, fait que la perte de poudre est presque négligeable. Dans de nombreux cas, un revêtement d'épaisseur notable peut être réalisé en une seule opération, alors que dans l'opération de peinture classique, il faut déposer plusieurs revêtements pour produire la même épaisseur.

Selon l'art antérieur, on ne peut pas appliquer, par des moyens électrostatiques, une couche de matière conductrice, par exemple d'un métal comme le zinc, car la conductivité de la poudre provoque un court-circuitage de l'appareillage électrostatique. C'est ainsi que dans l'art antérieur, lorsque l'on souhaitait déposer des couches superposées de diverses substances comprenant au moins une matière conductrice, on appliquait séparément ces couches, en utilisant un dispositif d'application non-électrostatique pour déposer la matière conductrice.

A côté de cet inconvénient, les méthodes électrostatiques de l'art antérieur, pour le dépôt de revêtement, présentent un autre désavantage lors de l'application de plusieurs enduits sur un support, avec étapes de cuisson entre les étapes d'enduction. Ces opérations d'enduction cumulées produisent généralement un revêtement final fait de nombreuses couches qui adhèrent si peu les unes aux autres qu'un défeuillement peut se produire.

Selon l'art antérieur, on utilise des mélanges de matières polymères, par exemple des polymères durcissables à chaud, et certains métaux en poudre pour fournir des effets décoratifs. Par exemple, des fabricants de mobilier pulvérisent fréquemment, par voie électrostatique, un mélange de résine époxy pulvérulent et de bronze ou d'aluminium en copeaux, mis en poudre ; le mélange des poudres sur le mobilier contient environ 2% en poids de métal. Dans les deux cas, le métal se déplace vers la surface de l'enduit pendant l'étape de cuisson, ce qui donne un fini métallique de bel effet.

Le brevet français n° 1 261 473 décrit la pulvérisation par voie électrostatique d'un polymère tel qu'un ester de cellulose. Ce brevet ajoute que de l'aluminium en poudre peut être incorporé, à la poudre de plastique, pour en améliorer l'aptitude à se charger. Cependant, bien qu'il n'indique pas la quantité d'aluminium à ajouter à l'ester de cellulose ou à du polyéthylène, et il est clair qu'il s'agit de relativement petites quantités, car il suffit de très petites proportions d'aluminium finement divisé pour changer l'aptitude à la charge de la poudre de polymère. De plus, même des

2122906

3

72 01404

quantités assez faibles de poudre d'aluminium, par exemple 0,5 à 1% en poids de la composition totale, provoqueraient la migration de l'aluminium vers la surface des enduits d'esters de cellulose, pendant le cycle de cuisson. Pour éviter la formation de cet enduit métallique extérieur, il semble clair que le brevet français n'envisage l'addition que de très petites quantités d'aluminium.

La présente invention apporte un procédé pour appliquer, en une opération, par voie électrostatique, un revêtement multicouche sur des supports. Ce revêtement comprend plusieurs couches distinctes, superposées de substances formant une pellicule. Ces substances sont appliquées par voie électrostatique sous forme de mélange de poudres, à l'aide d'un dispositif d'enduction électrostatique, qui dépose une charge sur les particules de poudre, laquelle est opposée à la charge du substrat lorsque celui-ci est chargé

Selon l'invention, un support conducteur est revêtu par voie électrostatique d'un mélange d'au moins deux poudres différentes, dont la taille moyenne de particules est inférieure à environ 300 microns. L'une au moins de ces poudres est constituée par un ou plusieurs polymères organiques ou minéraux non-conducteurs capables de former une pellicule ; un ou plusieurs des composants de la composition peuvent être des éléments conducteurs métalliques ou non. Il est préférable qu'au moins un des composants de la composition soit hautement conducteur. Comme les différentes poudres présentent des charges de valeur différente, pendant l'opération d'enduction électrostatique ; la substance, dont la charge est la plus élevée, va généralement au contact du substrat, tandis que celle, dont la charge est la plus faible, apparaît sur la surface extérieure de l'enduit. Il est extrêmement difficile de déterminer précisément les charges des particules, mais la constante diélectrique d'une substance donne une idée approximative de l'aptitude à se charger que présente la substance particulière non-conductrice.

La composition d'enduction selon l'invention peut comprendre deux poudres ou plus, à la condition que la constante diélectrique de chacune des matières non-conductrices pulvérisées diffère de celle des autres d'un facteur d'au moins 0,1. Lorsque l'on met en jeu des polymères organiques et/ou minéraux, non-conducteurs, formant une pellicule, pour produire des couches min-

ces, les polymères de constante diélectrique plus élevée doivent présenter un poids spécifique nettement supérieur, par exemple qui diffère d'un facteur d'au moins 0,1, de celui d'un polymère, dont la constante diélectrique est plus basse. D'un autre côté, 5 lorsque la composition d'enduction comprend ces métaux conducteurs et ces polymères non-conducteurs, le poids spécifique du métal conducteur doit être au moins trois fois et de préférence quatre fois celui du polymère non-conducteur. Des éléments conducteurs, non-métalliques, peuvent aussi être utilisés dans les compositions 10 de durcissement selon l'invention ; lorsqu'ils sont mélangés à des polymères non-conducteurs, leur poids spécifique doit être d'au moins 1,5 fois celui du polymère non-conducteur.

Bien que cela ne soit pas encore nettement établi, il semble que les poudres, utilisées dans les compositions d'enduction 15 selon l'invention, forment une série triboélectrique ; par exemple, ces poudres acquièrent différentes quantités ou degrés de charge électrostatique dans des conditions de charge similaires. Dans le cas des poudres diélectriques, celles-ci semblent obéir à la loi de Cohen selon laquelle des poudres ayant des valeurs de 20 constantes diélectriques plus élevées sont plus chargées que des poudres dont la constante diélectrique est plus faible. Dans le cas des éléments conducteurs métalliques ou non, le mécanisme de charge peut être mieux décrit en termes de conductivité. Par exemple, lorsque plusieurs éléments conducteurs métalliques et/ou non-métal- 25 liques sont utilisés dans la composition d'enduction, la conductivité doit différer d'un élément conducteur à l'autre d'un facteur d'au moins environ  $10^4$ . Dans tous les cas, les poudres, utilisées selon le procédé de l'invention, semblent former une série, dont les membres peuvent être classés dans l'ordre d'électrophilie crois- 30 sante.

La composition pulvérulente d'enduction est appliquée sur le support et les couches stratifiées des différentes poudres adhèrent au support par la charge électrostatique ; alors le substrat, ainsi revêtu, est soumis à un traitement tel que les poudres de la 35 composition d'enduction soient immobilisées. Ce traitement a pour résultat généralement la fusion d'au moins un des composants d'enduction, par exemple d'un polymère thermodurcissable et/ou le traitement chimique réalisant au moins un durcissement partiel ou la conversion d'un ou de plusieurs des composants d'enduction, par 40 exemple d'un polymère durcissant à chaud.

2122906

5

72 01404

Les composants d'enduction doivent présenter les différences déjà énoncées, qui concernent les valeurs de constantes diélectriques ou aptitude à se charger, afin de former initialement des couches superposées lorsqu'ils sont appliqués selon des procédés d'enduction électrostatiques. Ensuite et en accord avec des méthodes classiques de revêtement par voie électrostatique, le substrat portant les particules chargées de la composition d'enduction est transféré dans un four de cuisson, jusqu'à ce que la composition produise, par fusion ou durcissement, un revêtement intégral. Pendant cette étape de fusion au substrat, peut généralement déposer en une couche adjacente au substrat, la matière dont la constante diélectrique est la plus élevée, et qui est migrée à travers les autres composants d'enduction vers la surface du revêtement, si cette matière présente un poids spécifique supérieur à celui des couches supérieures (les plus éloignées du substrat). La présente invention n'envisage pas la migration importante des composants d'enduit pendant la fusion ou le durcissement ; c'est pour cela qu'il est nécessaire de veiller à ce que les poids spécifiques des composants soient à l'intérieur des limites mentionnées plus haut, afin d'empêcher que l'un ou plusieurs des composants ne migrent beaucoup.

De façon normale, les compositions d'enduction, selon la présente invention, comprennent 2 ou 3 composants différents, afin de fournir un revêtement à 2 ou 3 couches sur le substrat. Naturellement, l'un des composants ou une couche finale de l'enduit peut être un mélange de deux ou plusieurs polymères thermoplastiques ayant des constantes diélectriques tout à fait semblables et des poids spécifiques très similaires. Lorsque l'on utilise 3, 4, 5 (ou même plus) composants distincts de revêtement, pour produire 3, 4, 5 (ou plus) couches dans l'enduit final, chacun des composants doit présenter par rapport aux autres les différences énoncées plus haut, concernant la constante diélectrique, ou l'aptitude à se charger et le poids spécifique. Lorsque plusieurs polymères organiques non-conducteurs sont utilisés, le poids spécifique de chaque polymère doit différer de 0,2.

Le substrat peut être un quelconque métal conducteur, par exemple du fer, de l'acier, du cuivre, de l'aluminium ou des matériaux similaires, ou il peut être un élément conducteur non-

métallique, par exemple du carbone, ou même une matière non-conductrice comme un polymère hydrocarboné organique, du verre ou du bois, dont au moins la surface a été rendue conductrice, par exemple par enduction d'un conducteur. Un tel revêtement conducteur  
5 peut être par exemple de l'argent ou du graphite colloïdal. Ces substrats sont dénommés par la suite "substrats conducteurs".

Dans une opération d'enduction électrostatique, par exemple par pulvérisation ou dans un lit fluidisé, les particules de poudre sont chargées, positivement ou négativement selon la  
10 nature de l'appareillage dont on dispose et dans une certaine mesure, en fonction de la nature particulière de la poudre elle-même. Ainsi est-il préférable de charger positivement des poudres de nylon. Dans tous les cas, le substrat doit être neutre ou porteur d'une charge de signe opposé à celle que porte la poudre,  
15 afin que les particules de poudre adhèrent au substrat jusqu'à ce que le traitement à chaud consécutif, l'opération de fusion, cuisson ou durcissement, soit achevé. On peut simplement mettre le substrat à la terre dans certains cas ou bien l'on peut lui appliquer une charge opposée. Plus est grande la différence de charge entre  
20 les particules de poudre et le substrat et plus est forte l'adhérence des particules sur le substrat et davantage de matière peut être appliquée en un passage donné du canon à pulvériser, par exemple, ou pendant un temps donné d'immersion dans un lit fluidisé. Dans tous les cas, la différence de charge entre particules et  
25 substrat doit être suffisante pour permettre au moins aux particules d'adhérer au substrat pendant les opérations normales de manipulation entre l'étape d'enduction et le transfert dans le four.

Un avantage majeur de la présente invention réside dans la réduction de polluants atmosphériques et d'effluents liquides  
30 polluants provenant des opérations d'enduction. Les techniques antérieures de production d'enduits à différents composants fournissent d'appréciables quantités de matières polluantes que l'on décharge dans le milieu environnant ; cela est réduit ou même supprimé par le procédé de la présente invention.

35 Il est généralement nécessaire que la taille des particules de poudres ne soit pas trop petite, afin de présenter une surface suffisamment grande pour recevoir la charge électrique. D'un autre côté, il est généralement sage de ne pas avoir des particules trop grosses, car des particules à grand diamètre donnent  
40 généralement des enduits qui ne sont pas uniformément lisses.

La taille moyenne des particules de matières polymères dans le mélange de poudres est généralement compris entre 10 et 70 microns et de préférence entre 20 et 50 microns, et mieux encore d'environ 35 microns pour les applications par pulvérisation électrostatique.

5 Pour d'autres types d'application de poudre par voie électrostatique, on peut utiliser différentes tailles, ainsi que cela est connu dans l'art. Par exemple, dans un lit fluidisé électrostatique, la taille des poudres de polymère utilisés peut être comprise entre 10 et 300 microns.

10 Comme indiqué plus haut, il est préférable qu'au moins une des poudres du mélange soit constituée par une substance fortement conductrice. Cette substance est généralement en métal et la taille de ses particules est habituellement inférieure à 50 microns, de préférence inférieure à 20 microns et mieux encore, 15 elle est comprise entre environ 4 et 10 microns. Dans le cas de particules de 4 à 5 microns, on doit utiliser au moins 4% en poids de métal, par exemple de zinc, sinon la pellicule de métal, produite sur le substrat, est discontinue. Lorsque du zinc ou des métaux similaires sont mis en jeu et de multiples passages effectués pour enduire par pulvérisation des panneaux ou des éléments 20 similaires, il est préférable d'utiliser au plus environ 7,5% en poids de zinc par rapport au mélange de poudres, et mieux, moins de 6% et encore mieux environ 5% en poids. Cependant, dans le cas d'un enduit fait en un seul passage sur un panneau ou similaire, 25 la concentration en zinc peut atteindre 20 ou même 30% en poids du mélange de poudres.

La présente invention implique, selon une mise en oeuvre la plus avantageuse, un système de poudre d'enduction à 3 composants, contenant de 4 à 30% d'un métal, par exemple de zinc, de 10 30 à 86% d'une matière thermodurcissable, en particulier résine époxy, et de 10 à 70% d'une substance pour la souche superficielle et généralement de nature thermoplastique, par exemple du polyéthylène ou de polypropylène. Les quantités préférées des composants ci-dessus sont comprises entre 5 et 12%, 60 et 75% et 20 et 40% 35 respectivement, en poids de la composition totale.

Les poudres sont mises en suspension dans un ou plusieurs fluides, puis pulvérisées. Le fluide est en général de l'air ou un autre gaz inerte, mais il est possible d'utiliser un liquide inerte non-solvant, dans lequel les poudres d'enduction sont dispersées. La suspension obtenue peut être pulvérisée sur le substrat 40



72 01404

2122906

8

et ensuite le non-solvant est éliminé au cours de l'opération de cuisson.

Le procédé selon la présente invention produit un enduit final sur le substrat, contenant au moins deux couches superposées différentes. Pour des raisons de facilité et d'économie, il est préférable de n'appliquer qu'une seule composition d'enduction, la stratification apparaissant entre les divers composants en une seule opération. Lorsque les composants d'enduction sont déposés d'une façon même plus importante, on note alors en général une nette amélioration de l'adhérence entre les diverses couches de revêtement et parfois entre le substrat et la couche d'enduit continue.

Il est possible, cependant, d'appliquer l'une des poudres de la composition d'enduction et ensuite, avant d'effectuer un durcissement de la première couche de revêtement, d'appliquer une seconde composition d'enduction contenant par exemple un métal conducteur. Dans le cas, par exemple, où la première couche d'époxy en poudre est déposée en un passage sur le substrat et où ensuite une combinaison de poudres de zinc et d'époxy est appliquée sur la première couche sans que celle-ci ait été durcie, on constate que le métal (le zinc) pénètre à travers la première couche jusqu'au substrat.

Bien que l'on préfère en général réaliser l'opération de cuisson, durcissement ou fusion par un traitement à une température, on peut utiliser diverses autres méthodes, pour durcir des polymères organiques, en particulier des polymères organiques thermodurcissables ou d'autres matières dans la composition d'enduction. Par exemple, certaines résines polyester sont maintenant durcies instantanément par des faisceaux d'électrons, de façon connue ; les résultats, obtenus avec la simple opération de cuisson, font penser que le procédé au faisceau électronique peut aussi servir à durcir certains polymères organiques qui sont durcis même, peut-on utiliser des polymères organiques qui sont durcis sous l'action de l'humidité, par exemple des systèmes d'uréthane durcis par l'humidité à la manière connue. Une autre possibilité est d'utiliser un polymère organique thermodurcissable, par exemple un époxy, qui renferme un système de durcissement sous-catalysé, ayant une durée de vie en pot allongée en conséquence. Ce type de système peut simplement durcir à la température ambiante

avec le temps.

Dans la plupart des opérations d'enduction, les polymères thermoplastiques et/ou thermodurcissables de la composition d'enduction sont fondus ou durcis en une pellicule. Cependant, dans certains cas, il peut ne pas être nécessaire, voir être indésirable, de disposer d'une pellicule. Alors, il peut être nécessaire de fondre seulement, par exemple, les particules de polymère thermoplastique les unes aux autres. Dans tous les cas, l'opération de traitement à chaud ou de durcissement, à laquelle les compositions d'enduction sont soumises après le dépôt électrostatique, doit convertir au moins un composant de la composition d'enduction en une forme qui fait adhérer au substrat la composition d'enduction, lorsque la charge électrostatique est dissipée.

Si la pulvérisation est réalisée en un seul passage, on peut utiliser un substrat chauffé. Cependant, ce n'est pas avantageux de disposer d'un substrat chauffé lorsque la pulvérisation est faite en plusieurs passages, car la chaleur peut faire fondre ou durcir la matière d'enduction, à tel point qu'aucune pénétration ultérieure des divers composants, par exemple du zinc, ne peut être obtenue par plusieurs passages.

La température de cuisson ou de durcissement peut varier dans de larges mesures en fonction de la nature, de la taille des particules des poudres, ainsi qu'il est connu dans l'art. Par exemple, on met en oeuvre des températures pour le traitement des polymères thermodurcissables qui sont nettement différentes en général de celles que l'on emploie dans le cas des polymères thermoplastiques. En gros, la température de durcissement est comprise entre 60° et 316°C et de préférence entre 93° et 400°C. La durée de séjour nécessaire dans le four varie en fonction de la température appliquée et aussi de la nature de la composition pulvérulente. Cette durée peut n'être que de 10 secondes ou même moins, mais elle peut atteindre plusieurs jours ou même plus ; il n'est pas intéressant en général d'avoir des durées de durcissement plus longues, car elles entraînent des taux de production faibles, donc des coûts plus élevés. Les durées de traitement à chaud varient de préférence entre environ 1 minute et 1 heure. Dans tous les cas, la relation température-durée doit être telle qu'il y ait au moins fusion partielle des poudres thermoplastiques et/ou que cela active ou durcit au moins partiellement les poudres thermodurcissables.

Alors que la poudre de revêtement se déplace sous l'in-

fluence de la pression de l'air, à travers et depuis le canon à pulvériser électrostatique, elle est chargée lorsqu'elle traverse un champ de faible ampérage et de haut voltage. La tension, appliquée à l'appareillage d'enduction par pulvérisation, pour produire ce champ, peut varier dans une large mesure, bien qu'il soit généralement préférable d'utiliser une tension aussi élevée que la pratique le permet. Dans le cas du canon Ransburg qui est employé dans les exemples ci-après, la tension appliquée est de 90 000 volts, ce qui est une valeur maximum pour ce type d'équipement d'enduction par pulvérisation. Des tensions moindres peuvent être utilisées, par exemple 30 000 volts, bien qu'il soit préférable d'appliquer en général une tension d'au moins 60 000 volts. Il n'y a pas de raison de ne pas mettre en oeuvre des tensions supérieures, si l'appareillage électrostatique le permet. De même, les pressions au moteur et dans la pompe peuvent varier considérablement, mais on obtient de bons résultats lorsqu'elles sont de l'ordre de 0,7 à 2,8 kg/cm<sup>2</sup> et de préférence de 1,7 à 2,1 kg/cm<sup>2</sup>. En général, les seuls effets contraires que l'on remarque, si l'on se place à l'extérieur de ces valeurs, consistent en une vitesse d'enduction plus lente et en quelque diminution de l'écoulement et de l'aspect brillant final du film ou de la pellicule.

La présente description est faite surtout à propos de composition d'enduction contenant du zinc, et les exemples décrivent l'utilisation de poudres de zinc, mais il est bien entendu que d'autres poudres de métaux conducteurs peuvent remplacer ce métal particulier. De tels métaux convenables sont par exemple les fer, acier inoxydable, cuivre, nickel, étain, chrome, laiton, titane, zirconium, plomb, leurs alliages et des produits similaires (par exemple des métaux conducteurs généralement ferreux et non-ferreux). La composition d'enduction peut aussi contenir des éléments conducteurs non-métalliques comme du graphite, des fibres de carbone (whiskers) ou des produits similaires. Divers polymères thermoplastiques peuvent être utilisés parmi ceux qui sont énumérés ci-dessus, par exemple du polyéthylène et ses copolymères, du polypropylène et ses copolymères, des résines vinyliques, du nylon ou d'autres polyamides, des résines acryliques et des produits similaires. Parmi les polymères thermodurcissables, utilisables, on peut citer des poudres de résines polymérisables (en général des résines activées à chaud, ou utilisées avec des catalyseurs) comme les résines époxy, polyuréthanes, polycarbonates, rési-

nes acryliques, polymères de vinyle réticulables et leurs copolymères et les produits similaires. Lorsque divers polymères thermostoplastiques et thermodurcissables sont utilisés, on a trouvé que leurs densités sont généralement très voisines les unes des autres, si bien que les conditions d'application, valables pour un polymère, sont généralement très proches de celles que l'on met en oeuvre pour un autre polymère. La composition d'enduction peut aussi contenir des polymères minéraux comme des silicates, par exemple des silicates alcalins, des siloxanes et des polymères de bore. De plus, il peut y avoir certains métaux non-conducteurs qui fondent à des températures relativement basses.

Bien qu'une grande variété de matériaux puissent être utilisés dans la composition d'enduction selon la présente invention, il est préférable que cette composition comprenne au moins un polymère organique non-conducteur, thermoplastique ou thermodurcissable, à raison d'au moins 10% en poids. La composition renferme de préférence 2 ou 3 composants, les autres étant de préférence d'autres polymères organiques non-conducteurs et/ou des métaux conducteurs. La composition peut aussi contenir divers agents de renforcement ou charges, comme des fibres ou flocons de verre, du sable ou une autre forme fine de silice ou diverses autres charges utilisées couramment dans des opérations de pulvérisation électrostatiques.

On a découvert de façon inattendue que des poudres d'aluminium et de bronze ne conviennent pas dans la composition selon l'invention. Ces poudres, utilisées dans une composition d'enduction, à raison de 2% en poids environ ou davantage et avec un polymère organique, forment généralement une couche métallique à l'interface du substrat-enduit. Cependant, sous l'effet du traitement à chaud consécutif, l'aluminium ou le bronze migre vers la surface de l'enduit. Le mécanisme exact de cette migration n'est pas comme à l'heure actuelle ; mais elle peut être provoquée par une dissipation rapide des charges selon un effet "leafing effect", par un effet de densité ou de poids spécifique ou par une association de des facteurs ou d'autres. Dans tous les cas, la présente invention n'envisage pas l'utilisation de poudre d'aluminium ou de bronze en tant qu'unique poudre de métal conducteur dans la composition d'enduction.

On peut mélanger les composants de la composition d'enduction dans un ordre quelconque, bien qu'il soit généralement

avantageux d'incorporer des catalyseurs, accélérateurs et produits similaires dans les polymères thermodurcissables, par exemple avant que l'on ne mélange ces polymères avec d'autres composants comme des polymères thermoplastiques ou des poudres métalliques.

- 5 En gros, la composition d'enduction, qui produit plusieurs couches minces, superposées, sur le substrat, peut renfermer un ou plusieurs éléments conducteurs métalliques ou non (dans la mesure où la concentration de matière conductrice dans la composition d'enduction finale est telle que l'appareillage d'enduction électrostatique ne soit pas court-circuité en cours de fonctionnement), un ou plusieurs polymères thermoplastiques, un ou plusieurs polymères thermodurcissables ou leurs mélanges. La composition doit renfermer au moins deux poudres distinctes, ayant différentes constantes diélectriques ou degrés d'aptitude à se charger. Dans le cas de polymères non-conducteurs, les constantes diélectriques des poudres distinctes doivent différer d'au moins 0,1 et de préférence d'au moins 0,2. Par exemple, des résines époxy présentent généralement une constante diélectrique voisine de 4,0 et celles du polyéthylène, de polypropylène et des résines acryliques sont respectivement de 2,3, 2,75 et 2,5. Dans tous les cas, il doit y avoir une différence dans la charge conférée aux particules respectives des produits d'enduction différents, pour que le procédé selon l'invention fonctionne. Ainsi, que cela a déjà été mentionné, la poudre peut recevoir une charge positive ou négative, cette dernière étant généralement préférée sauf dans le cas de certains polymères, par exemple du nylon, auxquels on applique de préférence une charge positive, d'une façon qui est connue dans l'art.

- 30 L'invention sera mieux comprise à la lumière des exemples, non limitatifs, ci-dessous, dans lesquels toutes les parties sont indiquées en poids.

#### EXEMPLE 1

- 70 parties en poids d'une poudre époxy noire, 30 parties de poudre de polyéthylène clair, 5 parties de poussière de zinc et 0,15 partie de silice colloïdale sont mélangées à sec à la température ambiante, jusqu'à ce qu'un mélange homogène soit obtenu. La poudre époxy noire (nommée parfois Poudre époxy noire n°3 par la suite) a la composition suivante :

Sh 11 EPON 1004, une résine

dépichlorhydrine-bisphénol A ..... 72 % en poids

Dicyanamide ..... 2

Dow XD - 3540.03

5 accélérateur aminé ..... 2

Sulfate de baryum (charge) ..... 23

Noir de carbone ..... 1,8

Monsanto PC 1344, un antimousse

d'huile silicone de bas poids moléculaire ... 0,2

10 Les ingrédients de la poudre époxy sont dispersés dans un mélangeur à sec de haute puissance, puis extrudés entre 85° et 94°C et enfin réduits en poudre dans un broyeur à marteau. La poudre présente alors la distribution de taille de particule suivante :

particules de moins de 37 microns ..... 0,6 %

15 " de 38 à 44 microns ..... 0,7

" de 45 à 74 " ..... 4,2

" de 75 à 150 " ..... 94,5

" de 151 à 300 " ..... 0,41

" de plus de 301 microns ..... 0,1

20 Le Shell EPON 1004 a un point d'amollissement Durrant de 95 à 105, une viscosité de 4,6 à 6,6 poises en solution à 40% dans le butyl carbitol, un équivalent époxyde (grammes de résine contenant un équivalent-gramme d'époxyde) de 875 à 1025, un équivalent époxyde /100 g de 0,11 et un équivalent hydroxyde /100 g de 0,34. L'accé-

25 lérateur aminé de la Dow, le XD 3540.03 est une poudre blanche qui s'écoule librement et dont la teneur totale en azote est de 63,6% en poids.

La poudre de polyéthylène clair, produite par la U.S. Industries sous la marque déposée "Microthene FN 510" présente une taille

30 moyenne de particules de 12 microns et une densité de 0,924. On constate que le polyéthylène s'agglomère avec la silice colloïdale dont la taille des particules est de 0,2 micron, et cela semble aider les particules de polyéthylène à se charger.

La poussière de zinc (New Jersey Zinc # 64) est d'une pureté

35 convenant au zingage et la taille moyenne des particules est de 4,8 microns. Elle renferme 95,7% de zinc métallique, 4,2% de PbO, 0,04% de Pb, 0,04% de Cd et moins de 0,01% de Fe. 99,7% des particules traversent un tamis de 0,043 mm d'ouverture.

Le mélange de poudres, ainsi préparé, est projeté à l'aide

40 d'un canon à pulvériser électrostatique Ransburg, Modèle 322/8446

R.E.P., sur un panneau d'acier doux de 15 x 30 x 0,6 cm que l'on a prétraité en le grenaillant pour qu'il présente des aspérités de 0,025 mm. La pulvérisation est effectuée à 26°C sous 40% d'humidité relative. La tension appliquée à travers la gueule du canon est de 90 000 volts et la pression de la pompe à air et du moteur du canon sont de 2,1 kg/cm<sup>2</sup> chacune. Le panneau d'acier est mis à la terre et le canon est maintenu à environ 20 cm du panneau pendant la pulvérisation. On s'efforce de maintenir les conditions d'un seul passage de pulvérisation, la durée de celle-ci étant de 4 secondes environ ; on obtient un enduit global d'environ 0,05 mm sur le panneau.

Ensuite, le panneau est soigneusement ôté de la cabine de pulvérisation et placé dans un four à cuire avec précaution pour ne pas déranger la poudre adhérent au panneau. Le four est maintenu à 149°C pendant 3 minutes, puis la température est élevée linéairement pendant 10 minutes, jusqu'à atteindre 216°C. A ce moment, le panneau est sorti du four et laissé refroidir. Après refroidissement, il présente un fini généralement plat, avec un revêtement supérieur essentiellement clair recouvrant une sous-couche noire.

Le zinc ne peut manifestement pas être détecté sur la surface du revêtement.

Le revêtement est gratté et entaillé, puis examiné au microscope (40 X). On ne détecte la présence du zinc qu'à l'interface acier-enduit. La résine époxy noire et le polyéthylène clair forment des couches essentiellement distinctes sur la couche de zinc, la couche de polyéthylène étant la plus éloignée du panneau d'acier.

La composition d'enduction pulvérulente à trois composants selon cet exemple est un produit particulièrement préféré selon la présente invention. Elle est intéressante dans le cas où il est nécessaire d'avoir un revêtement protecteur avec une excellente résistance à la corrosion. Par exemple, cet enduit peut être déposé à l'intérieur de conduites de gaz ou d'huile, qui sont placées sous terre. La couche de zinc produit un fini galvanisé sur l'intérieur de la conduite et la couche époxy, recouvrant le zinc, protège celui-ci de l'abrasion tout en fournissant un revêtement intégral hautement résistant à la corrosion. Enfin, la couche de polyéthylène ne conduit pas le courant électrique, ce qui empêche ou diminue au maximum la corrosion électrolytique. Pour certaines applications, la couche de polyéthylène fournit une résistance extérieure accrue, par exemple pour les jantes de roues d'automobile.

EXEMPLE 2

Cet exemple ressemble à l'exemple 1, sauf que l'on applique les ingrédients de revêtement en deux pulvérisations distinctes sans effectuer de cuisson intermédiaire.

- 5 La poudre Epoxy noire N°3 (95 parties) et la poussière de zinc (5 parties) de l'exemple 1, sont pulvérisées sur un panneau d'acier dans les conditions indiquées dans l'exemple 1. Cette composition est pulvérisée pendant 4 secondes et fournit un enduit de : 0,06mm sur le panneau. Immédiatement après et sans traiter à chaud le
- 10 panneau ainsi enduit, on dépose un second revêtement sur le premier. Ce second enduit renferme 30 parties de poudre de polyéthylène clair et 0,15 partie de la même silice colloïdale qu'à l'exemple 1. Cette deuxième pulvérisation dure 5 secondes et fournit un revêtement de 0,05 mm.
- 15 Ensuite, le panneau, ainsi revêtu, est placé dans un four, initialement à 149°C. La température est élevée linéairement pendant 10 minutes, jusqu'à atteindre 216°C. A ce moment le panneau est sorti du four et laissé refroidir.
- A l'oeil, le panneau semble identique à celui de l'exemple 1 ; l'examen microscopique du revêtement gratté et entaillé donne aussi des résultats similaires.

EXEMPLE 3

La poudre d'enduction, utilisée ici, présente la composition :

- 25 poudre époxy blanche ..... 95 parties  
poussière de zinc ..... 5 "
- La poussière de zinc est similaire à celle de l'exemple 1. La poudre blanche époxy (Poudre époxy blanche # 1) comprend =
- Shell EPON 1004 (voir exemple 1) ..... 54,4% en poids
- 30 Dicyanamide ..... 1,3  
Accélérateur aminé (voir exemple 1) ..... 1,3  
Dioxyde de titane ..... 43,0

- Les ingrédients de la poudre époxy sont dispersés dans un mélangeur à sec de haute puissance, jusqu'à ce qu'un mélange homogène soit
- 35 obtenu ; le mélange est ensuite extrudé entre 85° et 94°C, puis réduit en poudre fine dans un broyeur à marteau. La poudre époxy obtenue présente la distribution de tailles suivantes :

- Particules de moins de 37 microns ..... 0,47 %
- " de 38 à 44 microns ..... 0,78
- 40 " de 45 à 74 microns ..... 2,22



72 01404

2122906

Particules de 75 à 150 microns .....	49,59%
" de 151 à 300 microns .....	16,81%
" de plus de 300 microns .....	0,13%

Le panneau d'acier doux est semblable à celui de l'exemple 1. On  
 5 utilise aussi le même canon électrostatique et les mêmes condi-  
 tions de pulvérisation, sauf que l'on travaille à 24°C avec 42%  
 d'humidité relative. Dès que le panneau est enduit, on le sort de  
 la chambre de pulvérisation et le dépose dans un four à 177°C pen-  
 dant 3 minutes. Puis, le four est rapidement chauffé à 193°C et le  
 10 panneau est maintenu à cette température pendant 10 minutes, puis  
 il est sorti et laissé refroidir. L'aspect du panneau, ainsi ob-  
 tenu, est semblable à celui d'un panneau revêtu seulement de poudre  
 époxy blanche n°1. On ne voit pas de zinc sur la surface du pan-  
 neau au microscope à 40X. Un bord du panneau est poncé au sable  
 15 et examiné au microscope 40X : on remarque une couche de zinc à  
 l'interface substrat-enduit. L'enduit total a une épaisseur de  
 0,05 mm et la couche de zinc 0,005 mm. L'enduit obtenu peut servir  
 pour une grande variété de revêtements, par exemple sur des panneaux  
 de culbuteurs ou d'autres pièces de voitures automobiles, sur du  
 20 mobilier tubulaire, des rayonnages, des outils, etc. et par exem-  
 ple de façon générale, pour les utilisations d'intérieur, à l'inté-  
 rieur des réfrigérateurs et d'autres appareils ménagers ; sur les  
 plateformes de forage au large des côtes et pour d'autres applica-  
 tions maritimes et similaires.

#### 25 EXEMPLE 4

Cet exemple est semblable à l'exemple 3, sauf que le  
 substrat est un panneau de verre. La même composition d'enduction  
 est utilisée dans les mêmes conditions de pulvérisation. Le pan-  
 neau de verre (15 x 30 cm) est enduit avec la préparation de  
 30 "Ranspreo", marque déposée par Ransburg et qui est une composition  
 de silice colloïdale qui rend la surface du verre conductrice. Le  
 panneau de verre est mis à la terre pendant la pulvérisation.  
 Le traitement thermique, dans l'exemple 3, est appliqué ici. L'as-  
 pect du panneau est généralement semblable à celui de l'exemple 3.  
 35 L'examen de la surface du film adjacent au verre révèle la présen-  
 ce d'une couche de zinc continue. La surface extérieure du revê-  
 tement semble être dépourvue de zinc lorsqu'on l'examine à l'aide  
 d'un microscope 40X.

#### EXEMPLE 5

40 Cet exemple est semblable à l'exemple 3, à la différence

qu'à l'exemple 3, sauf que la taille moyenne des particules de zinc (New Jersey Zinc # 444) est de 6,3 microns. 99,3% du zinc traverse un tamis de 0,043 mm. La poudre de zinc renferme 96,0% de zinc métallique, 3,9% de ZnO, 0,07% de Pb, 0,03% de Cd et moins de 0,01% de Fe.

Le substrat, les conditions de pulvérisation et le traitement thermique sont les mêmes que dans l'exemple 3, mais la température ambiante est de 26°C, avec une humidité relative de 40%.

Le panneau cuit a un aspect blanc brillant ; on ne voit pas de zinc sur la surface enduite lorsqu'on examine celle-ci avec un microscope 40X. Un bord du panneau est sablé et examiné au microscope : on constate la présence d'une couche de zinc à l'interface acier-enduit.

#### EXEMPLE 6

Cet exemple est semblable à l'exemple 5, si ce n'est que l'on utilise une plus forte concentration en zinc. Le système d'enduction a la composition :

20	poudre époxy blanche n°1 .....	92,5 % en poids
	poudre de zinc .....	7,5

La poudre de zinc est celle de l'exemple 5. Le substrat, les conditions de pulvérisation et le traitement thermique sont les mêmes qu'à l'exemple 5.

Après refroidissement, le panneau enduit a un aspect blanc brillant. Le grossissement de 40X ne permet pas de voir au microscope du zinc sur la surface enduite. Un bord du panneau est sablé et examiné au microscope 40X : on constate la présence d'une couche de zinc à l'interface panneau-revêtement.

#### EXEMPLE 7

95 parties d'une poudre époxy claire et 5 parties d'une poudre de zinc (celle de l'exemple 1) sont mélangées à sec, à la température ambiante, jusqu'à ce qu'on obtienne un mélange homogène. La poudre époxy claire (ou Poudre époxy claire n°2) renferme

les composants suivants :

Shell EPON 1004 (voir exemple 1) .....	78,3% en poids
Dianhydride trimellitique .....	11,7
Octoate stanneux .....	1,4
Silice (0,043 mm) .....	8,4
40 Antimousse Monsanto PC 1344 .....	0,2

Tous les ingrédients, sauf l'octoate stanneux, sont ajoutés dans un broyeur à boulets et réduits en poudre pendant 16 heures. L'octoate stanneux est alors ajouté et le broyage est poursuivi pendant encore 20 minutes. La poudre obtenue est passée dans un tamis de 0,074 mm et elle présente la distribution de tailles suivantes:

5	particules de moins de 37 microns .....	0,0%
	" de 38 à 44 microns .....	1,1
	" de 45 à 74 microns .....	98,9
	" de 75 à 150 microns .....	0,0
10	" de 150 à 300 microns .....	0,0
	" de plus de 300 microns .....	0,0

Le substrat et les conditions de pulvérisation sont ceux de l'exemple 3, mais on travaille à 27°C avec 40% d'humidité relative. Le panneau enduit est simplement cuit pendant 10 minutes à 193°C, puis laissé refroidir ; on ne voit pas de zinc dans la couche époxy. Il présente une pellicule époxy claire sur la couche de zinc adjacente au substrat métallique. La pellicule époxy a 0,05 mm d'épaisseur et la couche de zinc 0,005 mm. L'enduit est gratté et entaillé, puis examiné au microscope (40X) ; la couche de zinc adjacente au substrat est nettement visible.

#### EXEMPLE 8

Cet exemple se rapporte à un enduit protecteur de polyéthylène et de zinc sur substrat d'acier.

5 parties de poudre de zinc, 100 parties de poudre de polyéthylène clair de 0,924 de densité et 0,5 partie de silice colloïdale sont mélangées à sec à température ambiante, jusqu'à homogénéité. Tous ces produits sont ceux de l'exemple 1.

Le mélange des poudres est appliqué sur un substrat, et dans des conditions identiques à celles de l'exemple 1. Immédiatement après l'enduction, le panneau est cuit pendant 12 minutes, dans un four initialement à 135°C, puis cette température est élevée linéairement jusqu'à 240°C en fin de cuisson. L'enduit résultant présente une surface légèrement texturée, avec une couche de polyéthylène recouvrant une couche de zinc adjacente à la surface d'acier. La couche de polyéthylène a environ 0,13 mm d'épaisseur et la couche de zinc environ 0,01 mm. Il est vraisemblable que la modification du traitement thermique éliminerait la nature texturée du revêtement, si cela était recherché.

Un tel enduit est utilisable pour de nombreuses applications, comprenant l'enduction de conduites, le revêtement de mobilier

métallique, de matériaux pour clôture et produits similaires.

EXEMPLE A de comparaison

Cet exemple illustre le fait que le procédé de l'invention exige un mélange homogène des poudres fines.

- 5 95 parties de poudre époxy claire N°2 et 5 parties de la poudre de zinc de l'exemple 1, sont traitées dans un broyeur à boulets pendant 16 heures. Le mélange obtenu contient de la matière agglomérée, vraisemblablement due à l'élévation considérable de la température au cours du broyage. La poudre est déposée par voie électrostatique sur un substrat d'acier, semblable à celui de l'exemple 7. Les conditions de pulvérisation et de traitement à chaud sont celles de l'exemple 7. Le panneau obtenu présente un enduit clair de 0,07 mm d'épaisseur, dans lequel sont dispersées de façon régulière des particules de zinc. Il n'y a pas de stratification  
10 des composants d'enduction et nulle preuve de la présence d'une couche continue de zinc.

Ainsi cet exemple montre bien que les poudres des différents composants doivent être fines afin que l'on produise une pluralité de couches de matière enduite.

20 EXEMPLES B et C de comparaison

- Ces exemples illustrent l'utilisation d'un métal conducteur ayant un poids spécifique inférieur aux poids spécifiques formant la gamme prévue par la présente invention ; cela fournit un système, dans lequel le métal migre vers la surface extérieure  
25 de l'enduit, c'est-à-dire s'éloigne de l'interface substrat-enduit. Les deux exemples B et C comprennent l'enduction de panneaux d'acier doux de 10x15x0,3 cm qui ont été lavés avec un solvant, mais non-préchauffés. La composition d'enduction pulvérulente est pulvérisée à l'aide d'un canon Gema, fabriqué par Gema A.G., St Gall, Suisse et distribué par Interrad Corporation, Greenwich, Connecticut. Le canon Gema est similaire en gros au canon Ransburg déjà mentionné, à la différence que l'électrode de charge est située dans le cylindre fait de plastique. La tension maximum appliquée est de 52 000 volts dans ces exemples de comparaison. Les pressions  
30 de pompe et de moteur ne sont pas ajustables sur cet appareillage. Lorsque les panneaux sont enduits, ils sont ensuite simplement cuits pendant 10 minutes à 204°C.

EXEMPLE comparatif B

- On dispose d'un mélange sec d'une poudre époxy claire dont les  
40 particules ont moins de 75 microns et qui a la composition :

parties en poids

	Résine époxy (EPON 1004) .....	121,375
	Anhydride trimellitique .....	16,67
	Octoate stanneux .....	1,97
5	Huile silicone de bas poids moléculaire .... (celle de l'exemple 1)	1,125

Cette résine est mélangée avec "Rick Gold" un alliage de cuivre/zinc d'Alcan Metal Products, ayant une densité de 2,8 g/ml et une taille moyenne de particules de 30 à 60 microns, à raison de 10 94% en poids d'époxy et 6% d'alliage. La composition pulvérulente mélangée est projetée à l'aide d'un canon Gema sur des panneaux d'acier doux, mis à la terre. La projection est réalisée à 27°C et avec 50% d'humidité relative. La pellicule obtenue a 0,07 mm d'épaisseur. Le panneau enduit, mais pas encore cuit, a l'air d'avoir 15 été saupoudré de talc translucide. Après traitement à chaud, les panneaux ont un aspect pailleté doré avec un brillant métallique. Cette expérience est répétée, mais on remplace l'alliage précédent par une quantité correspondante de "Palegold 6500", fabriqué par United States Bronze et qui présente une taille moyenne de parti- 20 cules et une densité similaire. On obtient une pellicule de 0,076 mm d'épaisseur. Après la cuisson<sup>le</sup>, le panneau présente un fini doré plat qui fait quelque peu "ancien", avec un éclat modéré. Dans les deux cas, on constate une importante migration de l'alliage cuivre/zinc vers la surface de la pellicule.

25 EXEMPLE comparatif C

On utilise ici une composition pulvérulente sèche, mélangée pendant une nuit sur des cylindres dentés ; elle comprend 99,5% de la poudre époxy noire n°3 de l'exemple 1 et 0,5% de poudre d'aluminium et est vendue sous la désignation commerciale M 274 par Alcoa ; la taille 30 moyenne des particules est de 3 à 30 microns, la densité est de 2,7 g/ml et la pureté 97%. Cette composition est appliquée à l'aide d'un canon Gema sur un panneau d'acier de 10 x 15 x 0,3 cm, qui a été lavé au solvant et préchauffé. La pulvérisation est faite à 28°C et avec 55 à 56% d'humidité relative. Sur le panneau enduit, 35 mais pas encore cuit, on note une légère indication de la présence d'aluminium sur la surface du panneau. Après 10 minutes à 204°C, le panneau présente un fini lisse et davantage d'aluminium est visible sur la surface. L'épaisseur de la pellicule est de 0,07 mm. On répète cette expérience en utilisant 1% d'aluminium dans le 40 mélange. Avant cuisson, l'aspect du panneau est similaire, après

cuisson, il semble qu'il y ait davantage d'aluminium sur la surface du panneau que dans le cas du panneau revêtu avec une composition à 0,5% d'aluminium. On estime que pratiquement tout l'aluminium de la composition d'enduction est situé sur la surface supérieure de la pellicule qui a 0,076 mm d'épaisseur.

On répète encore l'expérience en utilisant 2% d'aluminium dans le mélange. Après cuisson, l'épaisseur de la pellicule est de 0,07mm, sa couleur est celle de l'argent et la surface est légèrement rugueuse. Avant cuisson, l'aspect du panneau est similaire à celui des panneaux préparés plus haut.

L'expérience est encore répétée, mais avec 4% d'aluminium dans la composition d'enduction. La pellicule obtenue a 0,099 mm d'épaisseur et est extrêmement rugueuse. On estime que pratiquement tout l'aluminium de la composition d'enduction se trouve sur la surface supérieure de la pellicule, c'est-à-dire sur la face de celle-ci, la plus éloignée du substrat.

On n'a pas encore établi le mécanisme de la migration de l'aluminium et des alliages cuivre/zinc dans les exemples comparatifs précédents ; cela peut être dû à de nombreux facteurs. Dans tous les cas, la présente invention n'englobe pas l'utilisation de poudres dans la composition d'enduction qui sont sujettes à une telle migration pendant l'étape de cuisson ou de durcissement.

Les compositions d'enduction, utilisées dans les exemples ci-dessus, sont appliquées à l'aide d'un canon à pulvériser électrostatique. Cependant, les résultats obtenus suggèrent que l'on utilise de nombreuses autres méthodes d'enduction électrostatiques, notamment par lit fluidisé électrostatique ou par pulvérisation de lit fluidisé électrostatique. De façon générale, les conditions de fonctionnement (différence de charge particule-substrat, composition du mélange de poudres d'enduction et autres) sont quelque peu similaires à celles que l'on doit respecter pour le canon à pulvériser électrostatique, ainsi que cela est connu dans l'art.

Les exemples précédents et les conditions de fonctionnement qui sont indiqués sont fonction de l'utilisation du canon Ransburg qui est décrit dans l'exemple 1. Ainsi, ces conditions sont tout à fait spécifiques de l'équipement de pulvérisation électrostatique de type Ransburg, qui est bien connu dans l'art. Naturellement, d'autres types d'équipement pour l'enduction électrostatique peuvent être utilisés avec les modifications nécessaires correspondantes des conditions de traitement. Par exemple, au

moins, un canon à pulvériser électrostatique disponible industriellement n'a pas de pompe à air et ainsi toute référence à la pression de la pompe à air qui est citée à propos du canon Ransburg, n'a pas lieu d'être si l'on utilise un tel appareillage.

- 5 Dans la plupart des utilisations de la méthode d'enduction selon la présente invention, l'article revêtu final porte un enduit contenant des couches superposées des composants de la composition d'enduction pulvérulente de départ. En d'autres termes, on désire généralement que toutes les matières, entrant dans le
- 10 mélange d'enduction, apparaissent en une ou plusieurs couches de l'enduit final. Cependant, il peut être désirable, dans certains cas, d'éliminer de l'enduit final un ou plusieurs des composants de la composition. Par exemple, il peut être souhaitable de soumettre l'article enduit à une cuisson haute température pour
- 15 brûler le polymère organique contenu dans l'enduit. Une telle opération peut être effectuée dans le cas où l'on recherche un enduit de zinc seul appliqué par voie électrostatique ; en effet, le zinc seul ne peut pas être projeté par voie électrostatique car il provoquerait le court-circuitage de l'appareillage, mais la pulvérisation électrostatique peut être la seule méthode pratique pour en-
- 20 duire une surface qui est dans une situation difficile à atteindre.

- Comme déjà mentionné, il est excessivement difficile, sinon impossible de mesurer précisément la charge conférée aux particules de polymère pendant l'opération de projection électrosta-
- 25 tique ; dans tous les cas, on pense qu'une telle détermination est impraticable pour des applications sur le terrain. Cependant, une indication grossière est donnée par la force du champ électrique que traversent les particules de poudre lors du fonctionnement de l'appareillage à enduire et par la charge conférée au substrat
- 30 conducteur (le substrat peut être simplement mis à la terre, comme indiqué plus haut). Dans la plupart des cas, il est suffisant d'utiliser les réglages de tension électrique, décrites plus haut, pour le fonctionnement du canon à pulvériser électrostatique de type Ransburg ou des réglages équivalents pour d'autres types d'
- 35 appareillages à enduire par voie électrostatique, avec un substrat mis à la terre. Lorsqu'on charge le substrat, on doit conserver en gros une différence équivalente entre la charge du substrat et celle de la particule. Dans tous les cas, cette différence de charge entre substrat et particule de polymère doit être telle qu'une
- 40 partie importante des particules de poudre soit attirée et déposée

72 01404

23

2122906

sur le substrat et y reste ensuite suffisamment longtemps pour que l'on puisse effectuer la fusion ou le durcissement au moins partiel d'au moins l'une des substances composant l'enduit.



REVENDEICATIONS

1. Un procédé pour appliquer un enduit, en particulier enduit résistant à la corrosion, comprenant plusieurs couches distinctes, sur un substrat conducteur, caractérisé en ce que l'on applique par voie électrostatique sur ce substrat, un mélange d'au moins deux poudres fines, contenant de préférence jusqu'à environ 96% en poids de l'une de ces poudres, ce mélange étant constitué par une ou plusieurs des poudres suivantes :
- a) mélange d'au moins deux polymères non-conducteurs, susceptibles de former une pellicule, organiques et/ou minéraux, dont les constantes diélectriques diffèrent d'un facteur d'au moins 0,1, le poids spécifique de polymère de constante diélectrique la plus élevée étant supérieur d'au moins 0,1 au poids spécifique de l'autre polymère ;
  - b) mélange d'au moins un polymère organique et/ou minéral, non-conducteur, susceptible de donner une pellicule, avec au moins un métal conducteur, dont le poids spécifique est au moins triple de celui du polymère ;
  - c) mélange d'au moins un polymère organique et/ou minéral, non-conducteur, susceptible de donner une pellicule, avec au moins un élément conducteur non-métallique dont le poids spécifique est d'au moins une fois et demie celui du polymère ;
  - d) mélange des poudres (a), (b) et (c).
- On charge électriquement ces poudres, pendant l'application électrostatique, le substrat ayant une charge neutre ou de signe opposé à celle des particules de poudres, et ensuite on fait durcir ou fondre au moins une des poudres, de façon à produire, sur le substrat, un enduit présentant plusieurs couches distinctes.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le mélange renferme au moins un métal conducteur et au moins un polymère organique non-conducteur, susceptible de former une pellicule.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que la taille moyenne des particules du métal conducteur est inférieure à environ 50 microns, que le métal constitue environ 4 à 30% en poids du mélange, la taille moyenne des particules de polymère organique étant d'environ 10 à 300 microns.

4. Procédé selon une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le polymère organique est un mélange d'au moins un polymère thermoplastique et d'au moins un polymère thermodurcissable.
5. Procédé selon une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le mélange de poudres contient d'environ 5 à 12% en poids de métal conducteur, d'environ 60 à 75% de polymère thermodurcissable et d'environ 20 à 40% de polymère thermoplastique.
6. Procédé selon la revendication 4 ou 5, caractérisé en ce que le polymère thermodurcissable est un polymère époxy et le polymère thermoplastique est un polymère d'éthylène ou du propylène.
7. Procédé selon une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le métal conducteur est du zinc.
8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce qu'il y a moins de 7,5% en poids de zinc par rapport au poids total du mélange, la taille moyenne des particules de zinc étant de préférence d'environ 4 à 10 microns.
9. Une composition, pouvant être appliquée par voie électrostatique sur un substrat conducteur pour donner un enduit formé d'une pluralité de couches superposées ou une seule opération d'enduction, caractérisée en ce qu'elle comprend un mélange homogène d'au moins deux poudres fines, de préférence contenant jusqu'à environ 96% en poids de l'une des poudres, ces poudres étant définies sous (a), (b), (c) et (d) de la revendication 1, les tailles moyennes des particules étant inférieures à 300 microns.
10. Composition selon la revendication 9, caractérisée en ce qu'elle comprend au moins deux poudres, qui sont un ou plusieurs polymères non-conducteurs et un métal conducteur, les polymères étant organiques et/ou minéraux, susceptibles de former une pellicule, en particulier thermoplastiques et thermodurcissables, plus spécialement polyéthylène, polypropylène et époxy.
11. Composition suivant une des revendications 9 ou 10, caractérisée en ce qu'elle est un mélange comprenant essentiellement de 4 à 30%, et de préférence 5 à 12%, en poids environ de poudre de zinc, dont la taille moyenne des particules est inférieure à 50 microns environ, d'environ 10 à 86%, ou mieux de 60 à 75%, d'une poudre de polymère époxy dont la taille moyenne des particules est d'environ 10 à 300 microns, et de 0 à environ 70%, particulièrement 20 à 40% d'une poudre de polymère organique, non-conducteur, thermoplastique susceptible de former

72 01404

2122906

une pellicule, dont la taille moyenne des particules est d'environ 10 à 300 microns, ce polymère étant plus spécialement du polyéthylène ou du polypropylène.

12. Article manufacturé, comprenant un substrat conducteur revêtu  
5 d'un enduit, caractérisé en ce que cet enduit comprend plusieurs couches superposées distinctes, dont une au moins consiste en au moins un premier polymère organique ou minéral, non-conducteur formant une pellicule, et l'une au moins des  
10 autres couches est en un second polymère organique ou minéral, non-conducteur, formant une pellicule et remplissant la condition (a) suivant la revendication 1, et au moins un métal conducteur remplissant la condition (b) de la revendication 1, au moins un élément conducteur non-métallique, ou leurs mélanges.
-